# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

## THIS PAGE BLANK (USPTO)

### ⑩日本国特許庁(JP)

10 特許出願公開

### 母公開特許公報(A)

平3-185197

Int. Cl. 3

識別記号

庁内整理番号

❷公開 平成3年(1991)8月13日

D 21 H 17/28 A 47 K 10/16

6654-2D 8723-4L 7003-4L

D 21 H 3/28 5/00

Z

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

❷発明の名称

水分散性のよいテイシュペーパー

translation attached

②符 頭 平1-323780

**会出 類 平1(1989)12月15日** 

包克 明 者 植 田

政 良

群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬

工場内

位発 明 者 野 口

之

群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリット株式会社群馬

工場内

**砂**克 明 者 给 木

| | -

宏

群馬県渋川市半田2470番地 日本カーリフト株式会社群馬

工場内

⑦出 願 人 日本カーリット株式会

東京都千代田区丸の内1丁目2番1号

社

### 1、発明の名称

水分数性のよいティシュペーパー

### 2. 特許建求の無限

1 原料パルプに、努力チオン性ジアルデヒド デンプンを認知性、砂量して得られる水分数性の よいティシュペーパー。

2 ティシュペーパーの坪量が12.5~ 16.5g/m\*のときに、貸力チオン性ジアルデヒドデンブンの協加量が原料パルプに対して 0.1~0.4%である賃求項1記載のティシュペーパー。

### 3. 発明の群闘な政界

### (延复上の料用分野)

本発明は引張性さに優れ、かつ、水分散性に優れたディシュペーパーに関する。

### (在来の住場)

ティシュペーパーは、さらし化学パルプを主原 料とし、実れても破れないように重賞徴度を与え た2 社会社の母音級で、第入リティシュ、ポケッ トティシュ、トイレットティシュ、タオルティシュなどに分けることができる。 第入リティシュについては、JIS S3104-1985により、序重、引張強さ、低水皮、白色皮、食えについての品質が規定され、一定の引張強さ(定量特徴方向80gf、電調時級方向60gf)が要求されている。

### (発明が解決しようとする無層)

トイレットティシュは、水分散性を必要とする ため、最力増強剤を使用することができないので、 甲解皮を上げたり、坪量を増すことにより強度不 足を補っているが、異合いが劣り、気容が多かっ たり、樹木強度が挿入りティシュに比較してほの て登い欠点がある。

また、知入りティシュ、ポケットティシュおよびタオルティシュには、強度を出すために登録を 力増放剤が使用されているので、容異生度が強い 反面、水分散性が悪いので、水洗トイレに使すこ とはできない。特にポケットティシュは、連な、 類入りティシュに近い引受性さを持っているか、 または加工退性を向上させるために導入リティシュ以上の強度をもつものが一般的である。

このような性度のあるティシュ、例えばポケットティシュは、トイレットペーパーの個え付けの 無いトイレで使用されることがあり、水洗トイレ の配管の詰りの裏因となり、浄化槽内で分散しに くい等のトラブルを生じる。

### (理理を解決するための手段)

本共明は上記従来の問題点を解決するものであり、 無人リティシュのように引張性さを有し、 かつ、トイレットティシュのように水分散性の良い ティシュを提供することを目的とする。

すなわち本発明のティシュは、京科パルプに、 銀カチオン性ジアルデヒドデンプンを認知後、夢 載して母られる水分散性のよいティシュペーパー である。 舞カチオン性ジアルデヒドデンプンの選 加量は坪量との関係があり、一種に定めることは できないが、例えば、ティシュペーパーの坪量が 12.5~16.5g/m゚のときに、日カチオン 性ジアルデヒドデンプンの認知量を展料パルプに

パール、日本カーリット(株) 製 ] を認知した。 思加量はパルプに対して関形分換算で0.05%、 0.1%、0.2%、0.3%、0.4%および 0.5%の6種とした。 認知後、及く表合してか らジェットフォーマ型ティシュが紙機を用い、が 紙紙140cm、が紙道度200m/min.、 クレープ率20%の条件で、ティシュペーパーを 製造し、第1表に示す坪量のティシュペーパーを 表た。

また、上記と同一の製造条件で、日カチオン性 ジアルデヒドデンプンを認知しないもの、および 市販のエポキシ樹脂系数力増強用(カイメン55 7日、ディックハーキュレス社製)をパルプに対 して図形分換算で 0、2%認知し、毎1 表に示す 坪量のティシュを得た。

上記のようにして得たティシュの引奏値さおよび水分散性を、市販のティシュの注意と任せて料 1 表に示した。なお引張性さおよび水分散性の試 製力供は以下の通りである。

【引き出さ状数】 (J15 53104-1985に存版)

対して国形分換すで0.1~0.4%にすると強度 および水分散性の良好なディシュが得られる。

本見明で使用する努力チオン性ジアルデヒドデンプレは市販品もあるが、たとえば次のようにして製造される。溶解権に水を入れ、pHを4~5に調整し、85℃に昇盛する。これにジアルデヒドデンプンを入れ知無復辞しながら薄解する。得られた麻城に濃塩を加えてpHを3.0±0.5とした性、水冷により30℃まで冷却する。次にカチオン化剤(例えば、カチオン性アクリル市政ビニル共産合製造)を認知し、水で10%程度に増加チオン性ジアルデヒドデンプンの水溶液を得る。

### (実 集 例)

次に本発明の効果を実施符および比較例により 数明する。

絶覚で340kgのNBKP(ラポニア:フィンランド運針禁隊パルプ)をピーターに仕込み、リファイナーで処理して14°SRの甲が混とし、そこに日カチオン性ジアルデヒドデンプン〔トネ

東西時: 試験片は2枚重ね(一組)で、近の 機方向(砂紙時における紙の技れの直角方用)に 引張り、低は25mm、つかみ間隔は100mm

国国時:紙の設力向(砂板枠における紙の扱 れ方向)に引張るように製定機に取り付け、水で 実験片を国現させ、乾燥枠の製定と再識に行なっ

### [オタスセスス]

第1度から、本発明のティシュペーパーは、点 版の購入リティシュやポケットディシュと同様の 初期監算法度を有しているが、末中では集々に登 度を失う性質を有することが分かる。

<b>水纹大</b>	B 22 42 42	(路斯克 %)	が 皇	引要量	2 (21)	水	9 R	t f	- 3
			( 2 / 元)	化四口(河)	福司以(点)	1分数	392	5 9 12	6092
1	# C D	(0)	13.1	7 2	4 2	0	0	0	0
2	トネパール	* (0.05)	13.3	7 5	5 0	0	0	0	0
3	•	(0.1)	13.0	8 1	6 1	Δ	0	0	0
4	•	(0.2)	12.8	8 3	6 2	Δ	Δ	0	0
5	•	(0.3)	13.7	8 5	6 3	Δ	Δ	0	0
6	•	(0.4)	13.8	9 0	6 5	. Δ	Δ	0	0
7	•	(0.5)	13,2	107	7 0	×	×	Δ	0
8	カイメン *	* (0.2 )	13,3.	8 6	9.4	×	×	×	×
itt Ri	可服将入リティシュA 1			8 8	101	×	×	×	×
市區	8人リティシ.	2 B	12.8	8 7 1	104	×	×	×	×
市民	ポケットティ	νac	14,1	9 0	9 9	×	×	×	×
电影	トイレットテ	∢ シュ Ď	19.2	7 6	4.5	0	0	0	0

- き 日本カーリット (株) 気 分カチオン性ジアルデヒドデンプン
- \*\* ディックハーキュレス社製 エポキシ間度系統力増強剤カイメン5.5.7.日

また、実験加3~6のティジュを水洗トイレで 1.週間使用し続け、7日数に砂化槽内を観察した ところ、環気による対象効果でディジュは完全に パルプ化し、配質が超まることもなかった。

### (限明の効果)

本見明のティシュは、地合い、手ざわり等を機なうことなく、遅れ、穴など使用上の欠点もなく、 取入りティシュなみの強度を持ち、かつ、水分数 性に使れているので水洗トイレにはずことのでき る有益なティシュである。

特許出職人 日本カーリット往式会社

## THIS PAGE BLANK (USPTO)

Japanese Kokai Patent No. HEI 3[1991]-185197

Translated from Japanese by the Ralph McElroy Co., Custom Division, P. O. Box 4828, Austin, Texas 78765 USA

## THIS PAGE BLANK (USPTO)

Code: 673-11941

### JAPANESE PATENT OFFICE

### PATENT JOURNAL

KOKAI PATENT NO.: HEI 3[1991]-185197

Int. Cl.<sup>5</sup>: D 21 H 17/28

A 47 K 10/16

D 21 H 3/28

5/00

Sequence Nos. for Office Use: 6654-2D

8723-4L

7003-4L

Application No.: HEI 1[1989]-323780

Application Date: December 15, 1989

Publication Date: August 13, 1991

No. of Invention: 2 (Total of 3 pages)

Examination Request: None

TISSUE PAPER WITH EXCELLENT DISPERSIBILITY IN WATER

Inventors: Masayoshi Ueda

Gumma Kojo

Nippon Carlit K.K.

2470, Handa, Shibukawa-

shi, Gumma-ken

Hiroyuki Noguchi
Gumma Kojo
Nippon Carlit K.K.
2470, Handa, Shibukawashi, Gumma-ken
Horokazu Suzuki
Gumma Kojo
Nippon Carlit K.K.
2470, Handa, Shibukawashi, Gumma-ken
Nippon Carlit K.K.
1-2-1, Marunouchi,
Chiyoda-ku, Tokyo

Applicant:

There are no amendments to this patent.

### Claims

- 1. Tissue paper with excellent dispersibility in water, produced by adding weakly cationic dialdehyde starch to the feedstock pulp, followed by paper making.
- 2. Tissue paper described in Claim 1 of the patent application in which weakly cationic dialdehyde starch is added to the feedstock pulp at 0.1-0.4% when the surface density of the tissue paper is 12.5-16.5 g/m<sup>2</sup>.

### Detailed explanation of the invention

### Industrial application

This invention is concerned with tissue paper with excellent tensile strength and excellent dispersibility in water.

### Conventional technique

Tissue paper is produced in the form of two-ply thin paper that is strong when wet, i.e., doesn't brake when wet, manufactured from a feedstock of bleached pulp and can be classified into boxed tissue, pocket tissue, toilet tissue and towel tissue. As for boxed tissue, JIS S3104-1985 defines the quality of paper required [to make tissue paper] with regard to the surface density, tensile strength, water absorption, whiteness and fluorescence. The required tensile strength is 80 gf in the transverse direction when dry and 60 gf in the longitudinal direction when wet.

### Problems to be solved by the invention

Tensile strength has, in the past, been increased in toilet tissue paper by enhanced beating of the pulp or increasing the surface density, since bonding agents could not be added for reinforcement of the tensile strength because of the required dispersibility in water. However, such procedures are beset with problems: the sense of touch of the paper is poor, powder is

easily scattered from the paper and the strength when wet is extremely weak compared to boxed tissue paper.

On the other hand, the wet strength is increased by adding a bonding agent in boxed tissue paper, pocket tissue paper and towel tissue paper, therefore these types of tissue paper cannot be used in the toilet because of poor dispersibility in water, despite their enhanced wet strength. Pocket tissue paper usually has a tensile strength close to that of boxed tissue paper or greater because of improved fabrication.

If tissue paper with a tensile strength such as pocket tissue papers is used in the toilet without toilet tissue paper, troubles are likely to occur such as clogging of the toilet pipes or nondegradability in the septic tank.

### Methods to solve the problems

This invention solves the aforementioned problems and offers tissue paper with tensile strength comparable to that of box tissue paper and with dispersibility in water similar to a [conventional] toilet tissue paper.

The tissue paper of this invention is a tissue paper with excellent dispersibility in water obtained by paper making after adding weakly cationic dialdehyde starch to the pulp feedstock. The added amount of weakly cationic dialdehyde starch is dependent on the surface density of the paper and cannot be set to a particular value. Tissue paper with excellent strength and water dispersibility is obtained by adding weakly cationic dialdehyde starch as a solid at 0.1-0.4% to the pulp feedstock at a [tissue] surface density of  $12.5-16.5 \text{ g/m}^2$ .

As the weakly cationic dialdehyde starch of this invention, commercial products can be used but it can also be prepared as follows: A reactor is loaded with water, the pH is adjusted to 4-5 and the temperature is raised to 85°C. Dialdehyde starch is added and dissolved by stirring and heating. The pH of solution thus obtained is adjusted to  $3.0 \pm 0.5$  with concentrated hydrochloric acid and the solution is cooled to 30°C. Then an agent to render the dialdehyde starch cationic is added (e.g., cationic acrylate-vinyl acetate copolymer) and the solution is diluted with water to a concentration of about 10% to obtain an aqueous solution of cationic dialdehyde starch.

### Application example

The effects of this invention is explained with an application and a comparative example.

A beater was loaded with 340 kg of NBKP ([expansion unknown] pulp of Lavonia [transliteration], coniferous tree from Finland) as the dry mass to be refined to the degree of beating of 14° SR. Weakly cationic dialdehyde starch (Tonepearl, trademark of Nippon Carlit K.K.) was added at 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 and 0.5% (6 kinds) as a solid, with respect to the pulp. After mixing well, the pulp was used to produce tissue paper using a Jet [sic] tissue-formation paper machine at a paper width of 140 cm; the speed of the paper making was 200 m/min and the percentage of crepe was 20%, tissue papers with the surface densities as shown in Table I were obtained.

Under the same conditions of production, tissue papers with the surface densities shown in Table I were produced without adding weakly cationic dialdehyde starch but with the addition of a commercial bonding agent (Caimen [transliteration] 557H, Dick Hercules Co.) at 0.2%, as a solid, with respect to pulp.

Table I shows the tensile strength and water dispersibility for the above-mentioned samples of tissue paper obtained, together with the properties of commercially available tissue paper. The tests for tensile strength and water dispersibility were carried out as follows.

Tensile strength test (according to JIS S3104-1985)

Dry: A 2-ply test sheet (1 set) was stretched in the transverse direction (at a right angle to the direction of paper flow during paper making) at a width of 25 mm and a clumped length of 100 mm.

Wet: The test sheet was clumped in the tester in the longitudinal stretching direction (direction of paper flow during the paper production) and the test sheet was moistened with water to carry out a test similar to the dry [tensile strength] test.

### Water dispersibility test

0.5 g of the test sheet was placed in a 500-mL stoppered Erlenmeyer flask containing 250 mL of water; the flask was shaken 200 times per minute (at a stroke distance of 40 mm) to observe the paper dispersion. In Table I, the sign O indicates complete reversion of paper to pulp, the sign  $\Delta$  indicates broken-up paper, i.e., paper just before turning into pulp, and the sign X indicates the persistence of the form of paper.

Table I shows that the tissue paper of this invention has an initial wet strength similar to commercially available boxed tissue paper or pocket tissue paper but the strength is gradually lost in water.

Samples of tissue paper of Experiment Nos. 3-6 were used continuously in a toilet for a week and the septic tank was observed at the end of the week. The tissue paper completely reverted to pulp by convection due to exposure to air and there was no clogging of the conduit [pipes].

### Effects of the invention

The tissue paper of this invention has following beneficial effects: Tensile strength similar to boxed tissue paper without loss of its excellent feel to the touch and a texture without inconvenience in use, such as tearing or hole formation. It also exhibits excellent dispersibility in water so that the paper can be used as toilet tissue paper.

### Table I.

Key: 1 - Experiment No.

- 2 Added chemical (amount added %)
- 3 No addition
- 4 Tonepearl\*
- 5 Caimen\*\*
- 6 Commercial boxed tissue A
- 7 Commercial boxed tissue B
- 8 Commercial pocket tissue C
- 9 Commercial toilet tissue D
- 10 Surface density
- 11 Tensile strength
- 12 Dry (transverse)
- 13 Wet (longitudinal)
- 14 Water dispersibility data
- 15 Min later
  - \* Weakly cationic dialdehyde starch from Nippon Carlit K.K.
    - \*\* Dick Hercules Co., Caimen 557H epoxy-resin bonding agent

実験Na	<u> </u>	添加量	%)	100	11月 强 强	さ (gf)	(4)	分散	性デ	- g
(1)	(2)		(87m)	75日時 (初)	四四時 (版)	198	3分段	5 分役·	6 0 分後	
1	無添加了	(0	)	13.1	7 2	4 2	2007	0	0	0
2 (	子)ネパール:	<b>⊭</b> (0.	05)	13.3	7 '5	5 0	0	. 0	0	. 0
. 3		(0.	1 ')	13.0	8 1	61	Δ	0	0	0
4		(0.	2 ) .	12.8	8 3	6 2	Δ	Δ	0	. 0
. 5	•	(0.	3 )	13.7	8 5	6 3	Δ	Δ	0	0
6	• .	(0.4	4 )	1 3 . 8	9 0	6 5	Δ	Δ	0	.0
7	33'	(0.	5 )	1 3 . 2	1 0 7	7 0	×	×	Δ	0
8	カイメン **	⊧ (0,	2 )	13.3	. 86	9 4	×	×	×	×
市阪	節入りティシュ	A (4		1 2.6	8 8	1 0 1	×	×	×	×
市 反	節入りティシュ	В	7	1.2.8	8 7	104	×	×	×	×
市阪	ポケットティシ	- C	8)	14.1	9 0	9 9	×	×	×	×
市阪	トイレットティ	シュ D(	9)	19.2	7 6	4 5	0	0	Ō	0